

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **01203270 A**(43) Date of publication of application: **16.08.89**

(51) Int. Cl.

**C04B 35/58**(21) Application number: **63028270**(22) Date of filing: **08.02.88**(71) Applicant: **SUMITOMO ELECTRIC IND LTD**(72) Inventor:  
**YAMAKAWA AKIRA**  
**MIYAKE MASAYA**  
**SAKAGAMI HITOSHI**  
**TAKEUCHI HISAO**  
**SOGABE KOICHI**  
**SASAME AKIRA**(54) **SINTERED ALUMINUM NITRIDE BODY HAVING  
HIGH THERMAL CONDUCTIVITY AND ITS  
PRODUCTION**

(57) Abstract:

PURPOSE: To improve various characteristics such as compactness, thermal conductivity, insulating characteristic, and dielectric constant by specifying the contents of the group IIIa element and oxygen in a sintered aluminum nitride body.

CONSTITUTION: The sintered body which consists essentially of AlN, contains 0.01W1.0wt.% elements of the group IIIa of the periodic table such as Y of rare earth elements and  $^{3180}\text{W/mK}$  thermal conductivity is made into the above sintered body. The 2nd phases of  $21\mu$  thickness exist interspersedly among the AlN particles of this sintered body and C is incorporated at 0.001W0.1% in the grain boundary part (the ratio to the rare earth element is 1/100W10). This sintered body is obtd. by mixing a prescribed ratio of the stearate of the group IIIa element with AlN powder and molding the mixture, then sintering

the molding in a nonoxidizing nitrogenous atmosphere at  $1,500\text{W}2,000^\circ\text{C}$ . This sintered body constitutes a high-thermal conductivity ceramics package when a conductive paste is formed on the surface of said body and the body is combined with a circuit board, semiconductor element and lead frame.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&amp;Japio

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## ⑫ 公開特許公報(A)

平1-203270

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

C 04 B 35/58

識別記号

1 0 4

庁内整理番号

B-7412-4C

⑭ 公開 平成1年(1989)8月16日

審査請求 有 請求項の数 5 (全8頁)

⑮ 発明の名称 高熱伝導性窒化アルミニウム焼結体及びその製造法

⑯ 特 願 昭63-28270

⑰ 出 願 昭63(1988)2月8日

⑱ 発 明 者 山 川 晃 兵庫県伊丹市昆陽北1丁目1番1号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内

⑲ 発 明 者 三 宅 雅 也 兵庫県伊丹市昆陽北1丁目1番1号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内

⑲ 発 明 者 坂 上 仁 之 兵庫県伊丹市昆陽北1丁目1番1号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内

⑲ 発 明 者 竹 内 久 雄 兵庫県伊丹市昆陽北1丁目1番1号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内

⑳ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地

㉑ 代 理 人 弁理士 上代 哲司

最終頁に続く

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

高熱伝導性窒化アルミニウム焼結体及びその製造法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 窒化アルミニウムを主成分とし、周期率表Ⅲa族元素が0.01～1.0重量%、酸素を0.001～0.5重量%を含み、熱伝導率が180W/mK以上であることを特徴とする高熱伝導性窒化アルミニウム焼結体。

(2) 焼結体が窒化アルミニウム粒子間に1μ以下の厚みで第2相が点在することを特徴とする第1請求項の窒化アルミニウム焼結体。

(3) 窒化アルミニウム粉末に周期率表Ⅲa族元素を含むステアリン酸化合物の少なくとも1つを元素検算で0.01～1.0重量%となるように添加し均一に混合し、成型後非酸化性含窒素雰囲気中で1500～2200℃で焼結することを特徴とする、Ⅲa族元素を0.01～1.0重量%と酸素0.001～0.5重量%を含む高熱伝導性窒化アルミニウム焼結体の製造法。

(4) 請求項第(1)項記載の窒化アルミニウム焼結体

の表面に導電性ペーストを形成させたことを特徴とする窒化アルミニウム回路基板。

(5) 請求項第(1)項記載の窒化アルミニウム基板と半導体素子とリードフレームからなる高熱伝導性セラミックパッケージ。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は窒化アルミニウム焼結体およびその製造方法に係り、より詳しくは緻密質で熱伝導性、絶縁性、誘電率等の諸特性に秀れたAlN焼結体に関する。

## 〔従来の技術〕

最近のLSIの進歩はめざましく、集積度の向上が著しい。これには、ICチップサイズの向上も寄与しており、ICチップサイズの向上に伴ってパッケージ当りの発熱量が増大している。このため基板材料の放熱性が重要視されるようになってきた。また、従来IC基板として用いられていたアルミナ焼結体の熱伝導率では放熱性が不十分であり、ICチップの発熱量の増大に対応できなくなりつつある。このためアルミナ基板に代わる

ものとして、高熱伝導性のベリリア基板が検討されているが、ベリリアは毒性が強く取扱いが難しいという欠点がある。

窒化アルミニウム (AlN) は、本来、材質的に高熱伝導性、高絶縁性を有し、毒性もないため、半導体工業において絶縁材料あるいはパッケージ材料として注目を集めている。

〔発明が解決しようとする課題〕

上述のように窒化アルミニウムは理論的には単結晶としては高熱伝導性、高絶縁性を有する材料である。しかしながら、窒化アルミニウム粉末から焼結体を製造する場合、窒化アルミニウム粉末自体の焼結性が良くないため、粉末成形後、焼結して得られる窒化アルミニウム焼結体の相対密度 (窒化アルミニウムの理論密度  $3.26 \text{ g/cm}^3$  を基準とする) は、焼結条件にも依るが、高々 70~80% しか示さず、多量の気孔を包含する。

一方、窒化アルミニウム焼結体の如き絶縁性セラミックスの熱伝導機構は、フォノン伝導を主体とするため気孔、不純物等の欠陥はフォノン散乱

を起し、熱伝導性は低レベルのものしか得られない。これらの状況に対し、高熱伝導性 AlN 焼結体を得るために種々の提案がなされている。

(1) AlN 粉末に焼結助剤および脱酸剤としての  $\text{Y}_2\text{O}_3$  を添加焼結する方法。(たとえば特開昭 60-96578 号)

(2) AlN 粉末に炭素を添加し焼結することで脱酸し、低酸素の焼結体を得る方法(たとえば特開昭 60-71576 号、特開昭 61-155263 号)

(3) 高純度低酸素の AlN 粉末を用いる方法(たとえば特開昭 60-71575 号、特開昭 60-127267 号)

(4) 焼結体に残留する焼結助剤を分解蒸発させ、高純度の AlN 焼結体を得る方法(特開昭 62-41766 号)

(5) 焼結体に残留する焼結助剤を長時間の還元雰囲気下にさらし除去する(高熱協会昭和 62 年年会予稿集 P. 969)

があげられる。

(1) の方法の場合、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  を添加し、ボールミル混合を行なうが、高熱伝導の緻密質焼結体を得るには  $\text{Y}_2\text{O}_3$  を 1 重量パーセント以上の添加が必要

である。得られる焼結体の熱伝導率は高々 200 W/mK でバラツキが大きくしかも多量の  $\text{Y}_2\text{O}_3$  は AlN 粒子の周囲に厚い粒界面を形成し、耐酸化性が低い、誘電率が高い等問題がある。

(2) は炭素の脱酸作用を利用し、AlN の含有酸素量を低減せしめることを目的としているが、焼結助剤を添加せしめない場合(特開昭 60-71576 号)には焼結体密度が低く、緻密化が困難で熱伝導率も 80 W/mK 程度と低い。また焼結助剤として  $\text{Y}_2\text{O}_3$  を添加(たとえば特開昭 61-155263 号)しても 1% 以上添加せねば緻密化しない。

(3) の原料として高純度の AlN 粉を用いても、焼結体の酸素量は 0.5% 以上で熱伝導率は 40 W/mK 程度と低い(特開昭 60-71575 号)ものしか得られない。3% 以上の  $\text{Y}_2\text{O}_3$  を添加しても 70 W/mK 程度である(特開昭 60-127267 号)。

すなわち、少量の焼結助剤の添加による AlN 焼結体は、低い熱伝導率しか得られていないのである。

一方、多量の焼結助剤を添加し、焼結したのち焼結助剤を除去する方法(4)(5)では、200 W/mK を

越える高い熱伝導率が達成され、誘電率等も改善されるとされている。しかるに、フッ化物を添加し焼結助剤を除去する方法(特開昭 62-41766 号)では焼結炉内汚染がさけられず、また焼結体のバラツキもロット内のみならず同一焼結体でも大きいものになる。さらに焼結体の焼結肌も焼結助剤の蒸発揮散に伴ない凹凸が発生し加工なしでは使用できない程の面粗さとなる。還元雰囲気中で長時間焼結する方法では、焼結コストが極めて高くなるばかりでなく焼結体の焼結肌に焼結助剤が偏析し焼結肌のまま使用できない、焼結体内でのバラツキが大きいといった問題がある。

〔課題を解決するための手段〕

本発明はこれまでの種々の技術問題を解決した高純度、高密度でしかも高熱伝導性の AlN 焼結体に関するものである。

すなわち、本発明は AlN 粒界に助剤が痕跡程度にしか存在せず、高密度で 180 W/mK 以上の熱伝導率をもつ AlN セラミックを種々検討した結果得られたものであり、特に AlN 粒界面が均一に分布すれ

ば、AlN表面自由エネルギーを減少せしめるだけの物質により、AlNの再結晶が進行し、高密度、高熱伝導化し、焼結体中の不純物炭素量も0.5W/mK以下にできることを見出したものである。

本発明の焼結体は窒化アルミニウムを主成分とし、周期表Ⅲa族元素が0.01～1.0重量パーセント、炭素を0.001～0.5重量パーセントからなり、熱伝導率が180W/mK以上である。

希土類元素が0.01%以下では焼結体の緻密化が困難であり、また炭素含有量が大きく、高熱伝導の焼結体を得られない。1.0重量パーセント以上では焼結体の熱伝導は200W/mK程度であるが、誘電率が高く、耐酸化性が低いといった問題がある。

従来希土類元素が1%以上で緻密な焼結体とされてきたのはⅢa族元素が通常酸化物、水酸化物等で添加混合され、AlN粉末と充分な混合が達成されていなかったためと考えられる。本発明ではステアリン酸等化合物のかたちで緻密粒子を添加混合することにより、1%以下の添加焼結助剤により高い熱伝導率をもつ高密度焼結が得られたも

のと考えられる。

第2図はこの微細混合の状態を模式的に画いた図であり、(1)は従来の混合状態(2)が本発明の混合状態を示す。炭素量は熱伝導率に与える影響が非常に大きく、0.5重量パーセント以下とする。0.5%以上では180W/mK以上の熱伝導率が得難いのである。炭素量が0.001%以下では焼結体の密度が不安定となるし、また極めてコストの高い方法を採用する必要がある。

本発明のAlNは好ましくは、平均粒径が5μ以上であることを特徴とする。これはAlNの粒成長に伴ってAlN中の欠陥(空孔、炭素等)が粒界より排出されるためと考えられる。そのため粒成長が不十分な焼結体は低い熱伝導率しか得られないのである。

本発明のAlNは極めて少量の粒界面からなり、それはX線回折法によっては検出が困難な量であり、1μ以下の厚みである。粒界面は熱の不良導体であり、AlNの熱伝導率を低下させると考えられる。そのため焼結性を低下させない量で、極力

少ないものが好ましい。おおむね1μ以下の厚みの粒界面が、粒界で点在していれば、高い熱伝導率を得ることができる。

粒界第2層は希土類元素、アルミニウム、炭素、窒素からなり、焼結体中の0.9体積パーセント以下である。粒界層は焼結助剤として添加した希土類元素がAlN表面および内部に存在するAl、Oと反応してできた高温融液が窒素を固溶した組成からなる。これは焼結助剤として添加した希土類元素がAlNの脱炭作用をもつことになる。焼結体中の存在量としては、多量に存在すると焼結体の熱伝導率を低下せしめるため、0.9体積パーセントにする。存在量はⅢa族元素の添加および原料AlN粉の不純物炭素量、焼結条件等によって変動するが、0.9体積パーセント以下で概ね高熱伝導等の焼結体を得る。なお、焼結体中に含まれるⅢa族元素は混合粉末に添加した量とはほぼ同等の量であり、焼結体中に減少する量はわずかである。

AlN焼結体を高熱伝導で得るものは、AlN粒界部分に炭素が含まれる。すなわち、0.1重量パー

セント以下0.001%以上の炭素を含み、希土類元素との比が1/100～10の間にある。炭素が0.1以上では、焼結体の密度が低くなり、かえって熱伝導率が低くなるし、絶縁耐圧も大巾に低下してしまう。

希土類との存在比では、Ⅲa元素の1/100～10の間で概ね良好な結果を得る。炭素の存在効果の機構は明らかでないが、微量の炭素がAlNの還元作用し、含有炭素量を減少せしめることが考えられる。

本発明の焼結体は焼結体中での希土類元素の分布が大きく変化することがない。すなわち、従来技術である多量の焼結助剤を添加し、緻密にしたのち焼結体中に除去する方法では、焼結体表面に助剤が偏析し、しかもその大部分が窒化物に変化しているため、焼結体の焼結肌のみで使用することが不可能である。これに対し、本発明では焼結体中での希土類元素が大きく偏析することがなく焼結肌のみを使用することが可能である。

本発明の焼結体が少量の焼結助剤の添加によって

高密度高熱伝導の特性を得ているため、焼結中に助剤を除去することが不要なことからはじめて可能となったものである。

同時に本発明による焼結体の焼結肌の面粗さは  $R_{max}$  で  $5\mu$  以下であり、従来技術では  $R_{max}$   $10\mu$  以上の面粗さとなることが避けられなかったものである。回路基板として用いるためには、面粗さは  $5\mu$  程度が必要であり、方法発明の焼結体は高熱伝導でしかも焼結肌のまま使用できるものである。

本発明の  $AlN$  セラミックスの  $C$  軸格子常数は  $4.9800\text{\AA}$  以上である。 $AlN$  へ酸素が固溶すれば格子常数は小さくなると考えられるため、格子常数が  $4.9800\text{\AA}$  以下では  $AlN$  の純度が低くなり、高熱伝導が得られないものと考えられる。

本発明の  $AlN$  セラミックスは電子線、陽イオン線等のビーム照射に対する耐性が高く、これらのビームによるスパッタ耐性が大きい。そのため電子線、プラズマ等にさらされる条件で用いる場合に秀れた性能を発揮する。これは  $AlN$  の熱伝導

化物等が使用される。好ましくはステアリン酸等高分子の化合物を用いる。これらは希土類の含有量を小さくし、 $AlN$  粉との混合を良好にすることが可能となると考えられる。

特にステアリン酸は成形助剤としての作用の他  $AlN$  粉との混合性、残留する炭素量等から最も好ましい結果を得た。

窒化アルミニウム粉末は微細均粒である必要がある。平均粒径  $1\mu$  以下であることが好ましく、また酸素含有量としては  $2.0$  重量パーセント以下が好ましい。このような  $AlN$  粉は直接窒化法（金属  $Al$  の窒化による方法）では得難く、還元窒化法（酸化アルミニウムの還元窒化による方法）によって得られる。直接窒化法で得る場合には反応の制御、粒径の分級等に十分配慮が必要である。焼結は、酸素含有の非酸化雰囲気で行なう。高い熱伝導率を得るためには、 $1000\sim 2100^\circ\text{C}$  にて  $5$  時間以上焼結し平均粒径を  $5\mu$  以上にすることが好ましい焼結条件である。焼結後の冷却はすみやかに行ない、徐冷した場合には、焼結助剤が析出し、

率が高く、これらのビーム照射による局部の温度上昇が小さいこと、粒界層が薄いためにビーム照射に対し劣性な粒界層の選択的な損傷が小さいこと等によるものと考えられる。

誘電率については  $10\text{GHz}$  の高周波において  $7.6$  以下である。低誘電であることは特に高周波、高速度の素子用基板には重要な性能である。本発明の焼結体は、誘電率の高い粒界層を痕跡程度にしか含まないため低い誘電率をもつ。

本発明の焼結体は希土類元素を含む化合物を少なくとも  $1$  つを希土類元素として  $0.01\sim 1.0$  重量パーセントとなる様に  $AlN$  粉と混合する。混合は常法にて有機溶媒中で行なう。水中での混合は  $AlN$  粉の酸化が起こり好ましくない。成形助剤としてはパラフィン、 $PVB$ 、 $PEG$  等が用いられる。またフェノール樹脂等、分解して炭素を残留せしめるもの、炭素粉、黒鉛粉等を添加し、焼結体中の残留炭素をコントロールすることも効果が大きい。希土類化合物としてはステアリン酸、パルメチン酸、アルコキシド硝酸塩、炭酸塩、水酸

焼結肌の劣下が著しくなる。好ましくは  $200^\circ\text{C}$  / 時間以上の速度で  $1500^\circ\text{C}$  まで冷却する。

本発明の焼結体は金属ペーストを用いて導体回路を形成することによって回路基板として用いられるし、また半導体素子、リードフレームとの組み合わせたセラミックスパッケージとしても用いられる。

金属ペーストは公知の  $W$ 、 $Mo$  系高融点金属  $Cu$ 、 $Au$ 、 $Ag$  等導体金属  $SnO$ 、等抵抗体にガラス成分等を添加したものを用いることが可能である。本発明の焼結体は均一性および純度に秀れているため、高い接着力度及び信頼性が得られるものである。

さらにイオンブレーティング、スパッタ等による  $Ti$ 、 $Al$ 、 $Ni$ 、 $TaN$  等導膜の金属層を形成し、回路化することも有用である。

本発明の焼結体は回路形成後のモッキ処理あるいはペースト焼成時の大気中加熱等に対しての安定性が高く、この点でも従来の  $AlN$  回路基板に対して秀れた特性をもつ。

セラミックスパッケージには、リードフレーム



表 1

	Y添加量 「重量%」	焼結条件	焼結体特性				
			相対密度 (%)	熱伝導率 (W/mK)	誘電率 (1000Hz)	炭素量 「重量%」	Y量 「重量%」
1	0	1950℃×5時間	92	65	8	1.0	0
2	0.1	↓	93	190	8	0.5	0.1
3	0.3		100	220	8	0.3	0.3
4	0.6		↓	230	8	0.2	0.5
5	0.9			240	8	0.1	0.9
6	1.2			249	10	0.2	1.2
7	3.0			230	13	1.0	3.0
8	0.5	1950℃×1時間	100	190	8	0.5	0.5
9	0.5	1800℃×1時間	95	85	8	0.9	0.5
10	0.5	2100℃×2時間	100	230	8	0.2	0.4
11	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> で0.5	-	98	110	8	0.8	0.4

\* 本発明外

との応力緩和を目的として、Cu板を介在層とすることがリードフレーム強度を確保する上で効果があり、またCu-W金属を放熱板として接合することも有用である。

以下実施例をあげて説明する。

## 実施例 1

AlN粉末（平均粒径0.4 $\mu$ 、炭素量1.4重量パーセント）に表1に示した量のステアリン酸イソトリウムを成形助剤としてPVBを10重量パーセントを添加し、エタノール中で十分に混合したのち乾燥して得た粉末を機械プレスにより35×35×3mmの薄板に成形した。得られた成形体は表1に示した条件にて窒素気流中にて焼結したところ、表1に示した焼結体を得た。Yが0.01~1.0重量パーセント、炭素量が0.5重量パーセント以下であれば高熱伝導でしかも低誘電率のAlN焼結体を得ることがわかる。第2図は表1のNo4の焼結体端面でありAlN粒子の結晶が揃っていることがわかる。なお、炭素量の分析は焼結体を200 $\mu$ 程度の粒に粉砕したのち、ガス分析を行なった。

$\mu$ 以上になってはじめて180W/mK以上の熱伝導率が得られ、AlNを十分に再結晶化せしめることが重要なることがわかる。

## 実施例 3

AlN粉末（平均粒径0.4 $\mu$ 、炭素量1.4重量パーセント）に表2に示した量のステアリン酸イソトリウムと成形助剤としてパラフィン油を10重量パーセント添加し、エタノール中で十分に混合したのち乾燥して得た粉末を機械プレスにより35×35×3mmの板状に成形した。成形体は表2に示した条件で窒素気流中で焼結した。焼結体の炭素量、炭素量、Y量を分析し、さらに熱伝導率を測定した。その結果焼結体中の残留炭素が0.1%以下で炭素量と希土類元素量の比較が1/100~10であれば特に高熱伝導であることがわかった。

## 実施例 2

表1に示した実施例No4を種々の焼結時間に変えて実験したところ、第1図の結果を得た。焼結時間によりAlN粒度が変化し、AlN平均粒径が5

表 2

	Y添加量 「重量%」	焼結条件	焼結体特性				
			炭素 「重量%」	Y 「重量%」	炭素 「重量%」	熱伝導率 (W/mK)	相対密度 (%)
21	0.2	1950℃×5H AlN+SP	0.01	0.2	0.4	200	99
22	0.2	1950℃×2H C+SP	0.04	0.2	0.3	220	99
23	0.1	1950℃×5H C+SP	0.15	0.1	0.1	140	95
24	0.8	1950℃×10H AlN+SP	0.04	0.8	0.3	240	99
25	0.8	2050℃×5H AlN+SP	0.08	0.3	0.05	260	99
26	0.2	1500℃×2H AlN+SP	0.005	0.2	0.2	180	100

〔比較例〕

表1に示した材料番号7を1950℃Cケース中に72時間焼結したところ、相対密度100%、熱伝導率240W/mK、誘電率8、炭素量0.1、Y量0.6の秀れた特性を得た。しかしながら焼結肌表面にYNの偏析が認められ、焼結肌のままでは基板材料として使用できないことがわかった。

これに対し、本発明の焼結体はYNその他第2相の偏析はなく、AlNの均一な粒子が揃っている。

(第2図)

## 実施例 5

AlN粉末(平均粒径0.4 $\mu$ 、酸素量1.4重量パーセント)にCaO粉末1.5重量パーセント添加した粉末をプレス成形し35 $\times$ 35 $\times$ 1.0mm角の成形体を得た。成形体を2000 $^{\circ}$ Cの空気気流中で10時間焼結したところ、相対密度100%、熱伝導率210W/mK、誘電率8、酸素量0.2、Ca量0.1の秀れた特性を得た。焼結肌は凹凸が大きく面粗さR<sub>max</sub>10 $\mu$ で焼結肌のままでは基板として使用が不可能であった。

しかしながら、これに対してCaOの替りにステアリン酸イットリウムを同量添加して、本発明の方法で作成した焼結体の焼結肌はR<sub>max</sub>4 $\mu$ でそのまま使用可能であった。

#### 実施例5

実施例1に示した番号10および11の材料をAr<sup>+</sup>イオンビーム(イオン発生電圧8KV、イオン発生電流0.5mA、入射角30 $^{\circ}$ 、スパッタ時間150min)照射したところNa10は2 $\mu$ 深さしかスパッタされなかったが、Na11は11 $\mu$ 深さにわたってスパッタされた。

#### 実施例8

実施例1のNa4で得たAlN焼結体の表面に、市販のAgペースト、Auペースト、Ag-Pdペースト等をスクリーン印刷し、850 $\sim$ 950 $^{\circ}$ C大気中で焼成したところいずれの導体も接着力は1Kg/mm<sup>2</sup>以上を示し、本発明のAlN基板が回路基板として使用可能であることがわかった。

#### 実施例9

実施例8と同様にW、Moを主金属成分としたペーストをスクリーン印刷し、1500 $^{\circ}$ C窒素気流中で焼成したのち、Niメッキを施しコパール板とロー付けしたところ、いずれの高融点メタライズ層も高強度の接合を達成し、5Kg/mm<sup>2</sup>の接合強度を得た。

#### 実施例10

実施例1に示したNa10と同様の製造法にて、15mm角で0.9mm厚みのAlNセラミック基板キャビティを得た。キャビティ内にAuメタライズしてSi半導体素子をダイボンドした。組成Bスボジュメン含有のPbO、BaO、シールガラスをAlN基板周

本発明がAlNの引スパッタ性に秀れていることがわかる。

#### 実施例7

窒化アルミニウム粉(平均粒径0.5 $\mu$ 、酸素量1.0重量パーセント)に表3に示した焼結助剤を添加し、成形助剤としてアクリル樹脂を5重量パーセント添加し、十分混合したのち35 $\times$ 35 $\times$ 3.0の寸法に成形し、窒素気流中1950 $^{\circ}$ Cにて5時間焼結した。得られた焼結体の特性を表3に示す。本発明の焼結体が高い熱伝導率を示すことがわかる。

表 3

	焼結助剤		焼結体特性			
	化合物	(重量%)	相対密度(%)	熱伝導率(W/mK)	誘電率	面粗さ( $\mu$ )
31	Ca-ステアリン酸	0.5	100	210	8	4
32	Ca-	0.5	100	210	8	4
33	Pr-	0.5	100	210	8	4
34	Y-ステアリン酸	0.3	100	220	5	4
	Ca-ステアリン酸	0.3	100	220	5	4
35	Y-アルコキシド	0.5	100	230	5	4

縁に施して42アロイ製のリードフレームと、さらに上記と同一のAlNからなるキャップを固着した。

得られたパッケージは熱抵抗が20 $^{\circ}$ C/Wで、特別な放熱機構なしで半導体素子の温度上昇を抑制した。

#### 【本発明の実施態様】

本発明の最も好ましい実施態様を以下まとめる。

- (1) AlNの平均結晶粒径が5 $\mu$ 以上であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載のAlNセラミックス。
- (2) 境界第2相が希土類元素、アルミニウム、酸素、窒素からなり、焼結体中の0.2体積パーセント以下であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載のAlNセラミックス。
- (3) AlN境界部分に0.1重量パーセント以下の炭素が含まれ、炭素含有量と希土類元素量の比が1/100 $\sim$ 10であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)～(2)項記載のAlNセラミックス。
- (4) 焼結体表面に高濃度の希土類元素の偏析、また

- は、希土類、窒化物が存在しないことを特徴とする特許請求の範囲第(1)～(2)項記載のAlNセラミックス。
- (5) 焼結体表面の焼結肌が面粗さ5μ以下であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)～(2)項記載のAlNセラミックス。
- (6) AlNのC軸格子常数が4.9800Å以上であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)～(2)項記載のAlNセラミックス。
- (7) 電子線、陽イオン照射に対する耐性の高いことを特徴とする特許請求の範囲第(1)～(2)項記載のAlNセラミックス。
- (8) 誘電率が10GHzにおいて、7.6以下であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)～(2)項記載のAlNセラミックス。
- (9) 窒化アルミニウム粉末が酸素含有量2.0重量パーセント以下平均粒径1.0μ以下であることを特徴とする特許請求の範囲第(3)項記載のAlNの製造法。
- (10) 窒化アルミニウム粉末がAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末の還元窒

化法により得た粉末を用いることを特徴とする特許請求の範囲第(4)項記載のAlNの製造法。

00 AlN成形体を1800℃～2100℃で5時間以上焼結し、平均粒径を5μ以上粒成長せしめることを特徴とする特許請求の範囲第(3)項記載のAlNの製造法。

02 導電ペーストがAg, Au, Pd, Cuを金属成分とすることを特徴とする特許請求の範囲第(4)項記載のAlN回路基板。

03 導電ペーストがW, Moを金属成分とすることを特徴とする特許請求の範囲第(4)項記載のAlN回路基板。

04 Cu-W合金を放熱板として接合し、使用することを特徴とする特許請求の範囲第(5)項記載のセラミックスパッケージ。

05 AlNとリードフレームとの間にCu板を緩衝材として用いることを特徴とする第(6)項のセラミックスパッケージ。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明のAlN焼結体が高热伝導率を示

す事を示す実施例2の説明図、第2図は本発明によるAlN焼結体の典型的な結晶組織を示す焼結体破断面の顕微鏡写真、第3図は本発明の製造法で均一混合できることの説明概念図である。

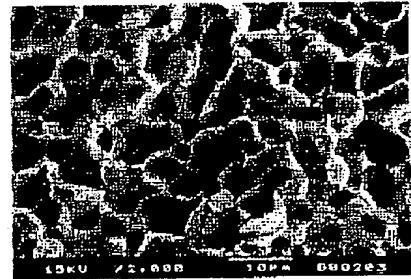
- 1 : Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.6wt%, C 0.7wt% の場合の粒度と熱伝導率の変化を示す図
- 2 : Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.3wt%, C 0.7wt% の場合の粒度と熱伝導率の変化を示す図
- 3 : 本発明の範囲
- 4 : AlN粒子
- 5 : 焼結助剤粒子

代理人 弁理士

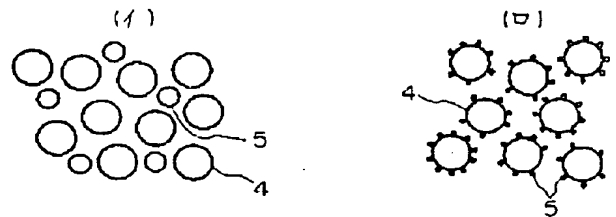
上代哲司



オ 2 図

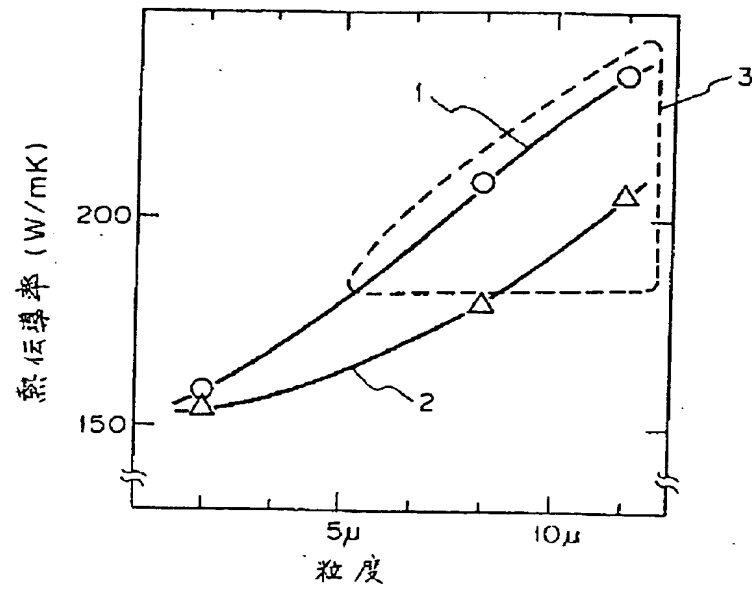


オ 3 図



- 4 : AlN粒子
- 5 : 焼結助剤粒子

才 1 図



- 1:  $\text{Y}_2\text{O}_3$ : 0.6wt%, C: 0.7wt% の場合  
 2:  $\text{Y}_2\text{O}_3$ : 0.3wt%, C: 0.7wt% の場合  
 3: 本発明品の範囲

第1頁の続き

⑩発明者 曾我部 浩一 兵庫県伊丹市昆陽北1丁目1番1号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内  
 ⑪発明者 笹目 彰 兵庫県伊丹市昆陽北1丁目1番1号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内